

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2001-322899

(P 2 0 0 1 - 3 2 2 8 9 9 A)

(43) 公開日 平成13年11月20日 (2001.11.20)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
C30B 29/38		C30B 29/38	D 3C058
B24B 37/00		B24B 37/00	K 4G077
37/04		37/04	G 5F041
H01L 21/304	621	H01L 21/304	621 C 5F073
	622		622 R

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全10頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-138667 (P 2000-138667)

(22) 出願日 平成12年5月11日 (2000.5.11)

(71) 出願人 000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(72) 発明者 武石 英見

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72) 発明者 亀井 英徳

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(74) 代理人 100097445

弁理士 岩橋 文雄 (外2名)

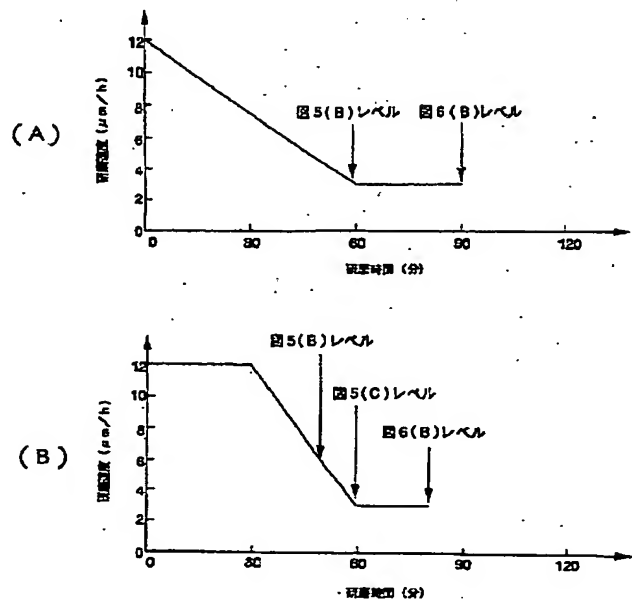
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化ガリウム系化合物半導体基板及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ビットの少ない、表面平坦性のすぐれた窒化ガリウム系化合物半導体基板を提供することを目的とする。

【解決手段】 粒径が非常に小さい砥粒を用いて、研磨速度を徐々に遅くしながら窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面を研磨することにより、表面のビットおよびスクラッチラインを低減する。また、研磨後の窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面をR I Eを用いて、低いエッチングレートでエッチングして表面ダメージ層を除去することにより、研磨後のすぐれた表面平坦性を維持した状態で、窒化ガリウム系化合物半導体基板表面の結晶性を改善する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】表面が平滑に研磨された窒化ガリウム系化合物半導体基板であって、その表面の深さが20Å以上のスクラッチラインの線密度が10³本/cm以下であることを特徴とする窒化ガリウム系化合物半導体基板。

【請求項2】表面が平滑に研磨された窒化ガリウム系化合物半導体基板であって、その表面の深さが50Å以上のスクラッチラインの線密度が10⁴本/cm以下であることを特徴とする窒化ガリウム系化合物半導体基板。

【請求項3】表面の深さが500Å以上のピット密度が10³個/cm²以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板。

【請求項4】表面の深さが1000Å以上のピット密度が10⁴個/cm²以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板。

【請求項5】基板上に気相成長法を用いて厚膜の窒化ガリウム系化合物半導体層を成長して形成されたものである請求項1から4のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板。

【請求項6】研磨後に、さらに表面が反応性イオンエッチング装置によりエッチングされていることを特徴とする請求項1から5のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板。

【請求項7】窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面を、粒径が1μm以上の砥粒によって研磨した後に、さらに粒径が1μm以下の砥粒によって研磨することを特徴とする窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法。

【請求項8】窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面を、最初から粒径が1μmよりも小さい砥粒によって研磨することを特徴とする窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法。

【請求項9】前記砥粒の粒径が0.01μm以上、0.5μm以下であることを特徴とする請求項8に記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法。

【請求項10】研磨速度を研磨時間の経過とともに遅くすることを特徴とする請求項7から9のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法。

【請求項11】前記研磨速度が3μm/h以下であることを特徴とする請求項10に記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法。

【請求項12】前記窒化ガリウム系化合物半導体基板が、基板上に気相成長法を用いて厚膜の窒化ガリウム系化合物半導体層を成長して形成されたものである請求項7から11のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法。

【請求項13】研磨後の窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面を、さらに反応性イオンエッチング装置によりエッチングすることで、研磨による表面ダメージ層を除去することを特徴とする請求項7から12のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、発光ダイオードやレーザーダイオード等のデバイスに利用される窒化ガリウム系化合物半導体基板及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】近年、窒化ガリウム系化合物半導体は、青色発光ダイオードや青紫色半導体レーザー等の可視発光デバイスとして積極的に利用されるようになってきた。

【0003】これらのデバイスは、一般的に、サファイア基板上に半導体薄膜を積層した構造が用いられており、有機金属気相成長法を用いてサファイア基板上にAlNやGaN等の低温バッファ層を成長した後、およそ1100℃の成長温度で窒化ガリウム系化合物半導体よりなる多層膜を成長して形成することによって作製されている。

【0004】ところで、サファイア基板と窒化ガリウム系化合物半導体の間には十数%の格子不整合があり、現状の窒化ガリウム系化合物半導体には10³～10¹⁰cm⁻³程度の結晶欠陥が存在している。このような高密度の結晶欠陥は、デバイスの特性低下や低寿命化を引き起こし、問題となっている。

【0005】そこで、結晶欠陥密度を低減する目的で、ELO（エピタキシャルラテラルオーバーグロウ）が提案されている。これは、サファイア基板上にGaNバッファ層、GaN層を順次積層し、その上にSiO₂よりなるストライプのマスクを形成し、更にその上にGaN層を成長したものである。この方法によれば、GaN層の結晶欠陥密度が従来よりもかなり低減される。

【0006】しかしながら、他の材料系よりなる半導体デバイスに比較すると、窒化ガリウム系化合物半導体の結晶欠陥密度は依然として高い。

【0007】そこで最近では、結晶欠陥密度を大幅に低減するための新たな試みとして、GaN基板の開発が精力的に行われるようになってきた。GaN基板は、その上に堆積する窒化ガリウム系化合物半導体との格子不整合を低減あるいは無くすだけでなく、透光性、通電性があり、劈開性にもすぐれているため、デバイス作製上のメリットは大きい。

【0008】単結晶のGaN基板の製造方法には、Gaに少量のGaNを添加し、超高温および超高压でGa-GaN融液とする方法があるが、成長速度が遅く、基板サイズが小さくなる等の問題がある。そのため、現状ではサファイア等の基板上に厚膜のGaNをHVPE法（ハイドライド気相成長法）を用いて成長する方法が主流となっている。例えば特開平9-335580号公報に開示されているように、前処理済みの酸化物基板上にGaNを成長させて、一定の厚さの1次のGaN層を形

成し、その1次のGa_{0.9}N層が成長された酸化物基板を研磨して、酸化物基板の一部を除去し、その1次のGa_{0.9}N層の上に2次のGa_{0.9}N層を成長し、酸化物基板を完全に除去し、その2次のGa_{0.9}N層の上の3次のGa_{0.9}N層を成長することでGa_{0.9}N基板を作製できることが提案されている。

【0009】また、特開平9-237167号公報には、サファイア基板ではなく、Zカット面を表面とする水晶基板を用いることで、クラックが入りにくく、基板を除去しやすいGa_{0.9}N基板を作製できることが提案されている。

【0010】さらに最近の例では、特開2000-12900号公報や特開2000-22212号公報に開示されているように、(111)GaAs基板上に千鳥型窓やストライプ窓を有するマスクを形成してGa_{0.9}Nバッファ層とGa_{0.9}N層を順次に成長させ、GaAs基板を除去した後に、再びGa_{0.9}Nを成長することによって、無色透明で、反りの少ない大口径のGa_{0.9}N基板が得られることが提案されている。

【0011】ところが、上述のHVPE法を用いた成長で得られたGa_{0.9}N基板の表面は凹凸が激しく、従来のサファイア基板上に低温バッファ層およびGa_{0.9}N層を順次積層したGa_{0.9}N層の表面に比較すると、格段に悪くなっている。

【0012】Ga_{0.9}N基板の表面平坦性の改善には、KOH等のアルカリを加熱して表面のGa_{0.9}N層を化学的にエッチングする方法がある。しかし、エッチングレートが遅い上、表面に多数のエッチピットが発生するため、実用的ではない。そこで、最近ではGa_{0.9}N基板を研磨することによって表面平坦性を改善する試みがなされている。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、現状の研磨されたGa_{0.9}N基板は、目視レベルでは鏡面に近くなっているが、光学顕微鏡レベルでは、まだ大きなピットやスクラッチライン等の凹凸が多数発生している。このようなGa_{0.9}N基板上に、窒化ガリウム系化合物半導体よりなるデバイスを作製した場合、その特性劣化だけでなく面内均一性や歩留まりが従来のサファイア基板上のデバイスに比較して悪くなるという問題点がある。そのため、ピットが少なく、かつ表面平坦性のすぐれたGa_{0.9}N基板が熱望されている。

【0014】本発明は、上記問題を解決するものであり、ピットの少ない、表面平坦性のすぐれたGa_{0.9}N基板等の窒化ガリウム系化合物半導体基板を提供することを目的とする。

【0015】

【課題を解決するための手段】現状では、表面平坦性のすぐれた窒化ガリウム系化合物半導体基板を成長だけで得ることは困難である。そこで本発明者らは、研磨によ

って基板の表面平坦性を改善するための鋭意検討を行った。

【0016】その結果、粒径が非常に小さい砥粒を用いて、研磨速度を徐々に遅くしながら表面を研磨することにより、基板の表面平坦性が大幅に改善されることを見出した。

【0017】また、研磨後の基板には、研磨によって表面に物理的なダメージを受けているため、表面ダメージ層が発生している。そこで、RIE（反応性イオンエッチング装置）を用いて、低いエッチングレートで基板の表面をエッチングし、表面ダメージ層を除去することにより、研磨直後のピットの少ない、かつ平坦性のすぐれた表面を維持した状態で、基板表面の結晶性が改善されることを見いだした。

【0018】このような構成によれば、ピットが少なく、表面の平坦性および結晶性にすぐれた本発明の窒化ガリウム系化合物半導体基板を得ることができる。

【0019】

【発明の実施の形態】請求項1に記載の発明は、表面が平滑に研磨された窒化ガリウム系化合物半導体基板であって、その表面の深さが20Å以上のスクラッチラインの線密度が10⁵本/cm以下であることを特徴とする窒化ガリウム系化合物半導体基板であり、研磨時に発生するスクラッチラインの密度が低減され、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面平坦性が向上するという作用を有する。

【0020】請求項2に記載の発明は、表面が平滑に研磨された窒化ガリウム系化合物半導体基板であって、その表面の深さが50Å以上のスクラッチラインの線密度が10⁴本/cm以下であることを特徴とする窒化ガリウム系化合物半導体基板であり、研磨時に発生するスクラッチラインの密度が低減され、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面平坦性が向上するという作用を有する。

【0021】請求項3に記載の発明は、表面の深さが500Å以上のピット密度が10⁵個/cm²以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板であり、研磨時に発生するピット密度が低減され、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面平坦性が向上するという作用を有する。

【0022】請求項4に記載の発明は、表面の深さが1000Å以上のピット密度が10⁴個/cm²以下であることを特徴とする請求項1または2に記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板であり、研磨時に発生するピット密度が低減され、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面平坦性が向上するという作用を有する。

【0023】請求項5に記載の発明は、基板上に気相成長法を用いて厚膜の窒化ガリウム系化合物半導体層を成長して形成されたものである請求項1から4のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板であり、下地

に基板を有する窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面平坦性が向上するという作用を有する。

【0024】請求項6に記載の発明は、研磨後に、さらに表面が反応性イオンエッチング装置によりエッチングされていることを特徴とする請求項1から5のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板であり、研磨直後のピットやスクラッチラインの少ない平坦な表面を維持した状態で、前記基板の研磨前と同等レベルの結晶性が得られるという作用を有する。

【0025】請求項7に記載の発明は、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面を、粒径が $1\mu\text{m}$ 以上の砥粒によって研磨した後に、さらに粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の砥粒によって研磨することを特徴とする窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法であり、粒径が $1\mu\text{m}$ 以上の砥粒で研磨することで、短い研磨時間で表面のバックグラウンドの大きな凹凸が除去され、さらに粒径が $1\mu\text{m}$ 以下の砥粒で研磨することで細かいピットが除去されることにより、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面平坦性が向上するという作用を有する。

【0026】請求項8に記載の発明は、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面を、最初から粒径が $1\mu\text{m}$ よりも小さい砥粒によって研磨することを特徴とする窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法であり、研磨時に発生する細かいピットを最初の研磨段階から抑制することにより、ピットがさらに低減され、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面平坦性が向上するという作用を有する。

【0027】請求項9に記載の発明は、前記砥粒の粒径が $0.01\mu\text{m}$ 以上、 $0.5\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする請求項8に記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法であり、窒化ガリウム系化合物半導体基板表面のピットおよびスクラッチラインがさらに低減されるという作用を有する。

【0028】請求項10に記載の発明は、研磨速度を研磨時間の経過とともに遅くすることを特徴とする請求項7から9のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法であり、表面のバックグラウンドの凹凸の大きさに関わらず、短い研磨時間でピットが大幅に低減され、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面平坦性が向上するという作用を有する。

【0029】請求項11に記載の発明は、前記研磨速度が $3\mu\text{m}/\text{h}$ 以下であることを特徴とする請求項10に記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法であり、研磨速度を徐々に遅くすることにより、研磨時に発生する細かいピットを抑制し、窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面が平坦化されるまでの研磨量を少なくすることができるという作用を有する。

【0030】請求項12に記載の発明は、前記窒化ガリウム系化合物半導体基板が、基板上に気相成長法を用いて厚膜の窒化ガリウム系化合物半導体層を成長して形成

されたものである請求項7から11のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法であり、下地に基板を有する窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面平坦性が向上するという作用を有する。

【0031】請求項13に記載の発明は、研磨後の窒化ガリウム系化合物半導体基板の表面を、さらに反応性イオンエッチング装置によりエッチングすることで、研磨による表面ダメージ層を除去することを特徴とする請求項7から12のいずれかに記載の窒化ガリウム系化合物半導体基板の製造方法であり、研磨直後のピットやスクラッチラインの少ない平坦な表面を維持した状態で、前記基板の研磨前と同等レベルの結晶性が得られるという作用を有する。

【0032】以下、本発明の実施の形態の具体例について図面を用いながら説明する。

【0033】（実施の形態1）窒化ガリウム系化合物半導体基板すなわち、 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Al}_y\text{N}$ ($0 \leq x < 1$, $0 < y \leq 1$) 基板の一例として、 GaN 基板 ($x = 0$, $y = 1$) の研磨方法を図2および図3に示す。

【0034】図2は本発明の実施の形態で用いる研磨装置の主要部を表す図で、図3は本発明の実施の形態で用いる研磨装置の概略図である。図2において、セラミック製の基板貼り付け盤1の中央には、表面を表にした GaN の基板2がワックスにて均一に貼り付けられている。修正リング3は研磨時に研磨剤をラップ定盤に平均的にチャージするためのものであり、センターポール式のおもり4は基板2にかかる荷重を調整するためのものである。

【0035】まず、図3において、ダイヤモンド刃によるフェイスング（面出し）によって十分に平坦化された銅製のラップ定盤5を 50rpm で回転させ、潤滑油6を高圧空室7を用いてノズル8より霧状にして吹き付け、ラップ定盤5全体を潤滑油6で満遍なく覆っておく。

【0036】次に、回転を止めたラップ定盤5の上に、基板貼り付け盤1を GaN 基板2が下向きになるようにして置き、修正リング3を周りからはめ込む。そして、基板貼り付け盤1の上に重さ 10kg （基板2の単位面積あたりの荷重は $4\text{kg}/\text{cm}^2$ ）のおもり4を載せる。

【0037】ここで、 GaN の基板2の単位面積あたりの荷重は $0.1\text{kg}/\text{cm}^2 \sim 40\text{kg}/\text{cm}^2$ の範囲内にあることが望ましい。前記荷重が $0.1\text{kg}/\text{cm}^2$ よりも小さいと研磨速度が大幅に遅くなり、研磨に長い時間を要する。また、前記荷重が $40\text{kg}/\text{cm}^2$ よりも大きいと、研磨速度は速くなるが、過度の荷重による基板2の割れや欠けの原因となるため、好ましくない。

【0038】次に、ラップ定盤5を 50rpm で回転させると同時に、修正リング3をモーター9により、基板貼り付け盤1とともに 30rpm で回転させる。なお、

ラップ定盤5と修正リング3の回転方向は同一(反時計回り)にしている。

【0039】そして、スティラー(回転体)10によって十分攪拌された研磨剤となる砥粒11(灯油中に混合されたもの)を1sccmの流量でノズル12より3秒間ラップ定盤5に霧状にして吹き付け、潤滑油6を1sccmの流量でノズル8より2秒間ラップ定盤5上に霧状にして吹き付ける。

【0040】ここで、研磨に用いる研磨剤には、シリカやアルミナ等の砥粒が考えられるが、硬度の高いGaNの基板2の研磨には、より望ましいと思われる多結晶ダイヤモンドよりなる砥粒を用いた。

【0041】また、砥粒11および潤滑油6の供給量は、吹き付け時間と高圧窒素7の吹き付け圧の両方で制御可能である。

【0042】砥粒11および潤滑油6については吹き付け後毎に60秒間のインターバルをとり、その間、修正リング3によって砥粒11を平均的にラップ定盤5になじませるようにして研磨を行った。

【0043】研磨終了後は、十分に水洗した基板貼り付け盤1をホットプレートに載せ、150℃に加熱して、基板ワックスを溶かし、基板2を基板貼り付け盤1から取り外す。取り外した後は、基板2に付着したワックスをアルコールで十分に洗い流しておく。

【0044】また、研磨に用いた基板2は、大きさが10mm角～15mm角程度で、凹凸が大きく、最大高低差(P-V)が1μm～1.5μmのGaN基板を用いた。GaN基板は4枚準備し、砥粒の粒径が6μm、3μm、1μm、0.75μmの各場合について30分間の研磨を行った。ただし、用いた砥粒の「粒径」は、「平均粒径」のことを指している。いずれの粒径の砥粒で研磨したGaN基板も目視では鏡面に近いが、ノマルスキー微分干渉顕微鏡を用いて詳細に観察したところ、砥粒の粒径によって表面状態に大きな違いが見られた。図4は本発明の実施の形態で用いる未研磨および研磨済みのGaN基板表面を表す図で、図5は本発明の実施の形態で用いる研磨済みのGaN基板表面を表す図で、図6は本発明の実施の形態で用いる研磨済みのGaN基板表面を表す図である。図4～図6には倍率100倍における研磨済みGaN基板の表面写真(図4(A)を除く)を示す。図4(A)は研磨する前の最初のGaN基板の表面状態であり、谷13および山14からなる大きな凹凸を示している。

【0045】まず、粒径6μmの研磨表面(図4(B))および粒径3μmの研磨表面(図4(C))では、研磨前の表面(図4(A))のような大きな山状の凹凸が消滅し、細かいえぐれ(以下「ピット15」と称する。)及びスクラッチライン16が発生している。

【0046】次に、粒径1μmの研磨表面(図4(D))では未だ山状の起伏の跡17が少し残っている

が、細かいピット15が大幅に低減され、表面のバックグラウンドの平坦性は大きく向上している。

【0047】さらに、図4(E)に示すように粒径0.75μmの研磨表面では、バックグラウンドの平坦性は大きく向上しているものの、粒径1μmの研磨表面と比較して山状の起伏の跡17がさらに顕著に残っている。

【0048】次に、粒径3μmの砥粒で研磨した基板(研磨表面は図4(C)と同等)を3枚準備し、粒径が3μm、1μm、0.75μmのそれぞれについて60分の研磨を行った。

【0049】その結果、再度粒径3μmの砥粒で研磨した基板は、図5(A)に示すように細かいピット15の密度が少し低減した程度であったが、粒径1μmと粒径0.75μmの研磨により基板は共に図5(B)の表面状態となり、スクラッチライン16はあるものの、表面のバックグラウンドの細かいピット15が激減し、表面平坦性が大きく改善された。

【0050】また、バックグラウンドの凹凸が少し残った粒径1μmの砥粒で研磨した基板(研磨表面は図4(D)と同等)を粒径1μmあるいは粒径0.75μmの砥粒で60分間研磨しても図5(B)と同等レベルの表面が得られた。

【0051】逆に、粒径1μmの砥粒で研磨した基板を粒径3μmの砥粒で60分研磨した場合、図5(A)に近い表面状態となり、新たに細かいピット15が発生した。

【0052】以上の結果より、GaN基板を粒径が1μm以上の砥粒で研磨することにより、短い研磨時間(30分)で表面のバックグラウンドを平坦化することができた。

【0053】さらに、前記方法で表面のバックグラウンドの大きな凹凸が平坦化されたGaN基板(図4(B)、図4(C)に相当)またはバックグラウンドの大きな凹凸の大半が平坦化されたGaN基板(図4(D)に相当)を粒径が1μm以下の砥粒で研磨することにより、細かいピット15まで平坦化し、GaN基板の表面平坦性が大きく向上した。

【0054】また、上述のように、図4(A)に示す未研磨GaN基板を、粒径が1μmの砥粒で最初から90分間研磨(上述では30分間研磨後、再度60分間研磨)しても、図5(B)のようなピット15の激減した平坦性のよい表面が得られたが、砥粒の粒径を最初から0.75μmにして研磨することにより、図5(C)に示すように、細かいピット15がさらに低減した。

【0055】従って、最初から粒径が1μmよりも小さい砥粒を用いて研磨した場合、表面のバックグラウンドの凹凸が大きければ、表面平坦化に長い時間を要するが、表面のバックグラウンドの凹凸の状態にかかわらず研磨時に発生する細かいピット15を最初の研磨段階から抑制することができるため、ピット15が大幅に低減

され、Ga₂N基板の表面平坦性がさらに向上する。

【0056】次に、最初から同一粒径の砥粒で研磨する場合では、図4(A)から図4(E)までの表面状態のGa₂N基板を各1枚(計5枚)準備し、さらに小さい粒径の0.5 μ mおよび0.1 μ mの砥粒で90分間以上研磨したところ、粒径0.5 μ mの研磨表面(図6

(A))および粒径0.1 μ mの研磨表面(図6

(B))に示すようにスクラッチライン16の密度がさらに低減でき、スクラッチライン16の深さも浅くなっていることが確認できた。

【0057】また、粒径が0.1 μ mよりも小さい砥粒については、粒径が0.05 μ mと0.01 μ mのコロイダルシリカを含むアルカリ性水溶液を用いて、メカノクロス(ポリッシングクロス)上でポリッシュを実施(メカノクロスの回転速度は50rpm、基板の単位面積あたりの荷重は4kg/cm²、アルカリ性水溶液の流量は0.1cc/秒)したところ、同様にスクラッチライ

ン密度の低い研磨表面(図6(C))が得られた。

【0058】前述のように細かいピットは1 μ m \sim 0.75 μ mの砥粒でも平坦化できるが、スクラッチライン密度をより低減し、バックグラウンドの平坦性をより高めるためには、粒径0.5 μ mが以下の砥粒を用いることが望ましい。また、粒径が0.01 μ mより小さい砥粒で研磨した場合は、粒径が0.01 μ mの砥粒で研磨した場合と同等以下の表面状態となり、表面状態の改善効果は得られなかった。

10 【0059】ここで、図6(B)の研磨表面をもつGa₂N基板の表面状態をAFM(原子間力顕微鏡)によって評価したので、その結果を(表1)に示す。また、用いたGa₂N基板は15mm角、膜厚95 μ m(5 μ m研磨)であり、Ga₂N基板の中央および端から5mmのポイントを20 μ mの範囲でスキャンさせた。

【0060】

【表1】

		研磨後のGa ₂ N基板 (膜厚95 μ m)
深さが20Å以上のスクラッチラインの線密度(本/cm)	平均	5×10^3
	最大	9×10^4
深さが50Å以上のスクラッチラインの線密度(本/cm)	平均	3×10^2
	最大	9×10^3
深さが500Å以上のピット密度(個/cm ²)	平均	3×10^3
	最大	8×10^4
深さが1000Å以上のピット密度(個/cm ²)	平均	4×10^2
	最大	8×10^3
P-V値(Å)		1200(ピットを含む) 100(ピットを除く) 18000(研磨前)

【0061】評価の結果、Ga₂N基板表面のスクラッチラインの大半は深さが50Å以下であり、深さが20Å以上のスクラッチラインの線密度は約10³本/cm以下であった。また、深さが50Å以上のスクラッチラインの線密度は約10⁴本/cm以下であった。

【0062】一方、ピットの深さはスクラッチラインよりも深く、深さが500Å以上のピット密度は10³個/cm²以下であった。また、深さが1000Å以上のピット密度は10⁴個/cm²以下であった。

【0063】さらに、Ga₂N基板面内のP-V値については、ピットを除けば研磨前の2桁以上も低い値であ

り、表面平坦性が大幅に向上していることが明らかである。

【0064】(実施の形態2)次に、最初のGa₂N基板の表面の凹凸状態にかかわらず、より短時間で平坦性のすぐれた表面を得るためには、表面のバックグラウンドの大きな凹凸を平坦化するまでは、研磨速度はなるべく速い方が望ましい。平坦化が進むに従って研磨速度を徐々に遅くした方が、より短時間の研磨で表面平坦性のすぐれたGa₂N基板を得ることができる。この時、研磨速度は砥粒の粒径を小さくすれば遅くすることができる。また、前述のように研磨時のおもり4の荷重を調整する

ことでも研磨速度を調整することができ、おもり4の荷重を減らせば研磨速度は遅くなる。しかしながら、これらの方法では研磨速度を徐々に変えることは困難である。

【0065】そこで、砥粒11や潤滑油6の供給量を徐々に変化させる方法を用いれば、研磨速度を徐々に変化させることができる。また、砥粒11や潤滑油6の供給量(吹き付け量)を一定にして、砥粒11や潤滑油6の吹き付けインターバルの時間を徐々に変化させる方法も同様の効果を得ることができる。

【0066】まず、表面のバックグラウンドの凹凸の大きいGaN基板(図4(A)と同等レベルの表面をもつ未研磨基板)を2枚準備した。そして、粒径が0.5μmの砥粒を用い、砥粒の供給量を変えて、最初からの研磨速度がそれぞれ12μm/h、3μm/hとなるように研磨したところ、前者は180分間研磨したにもかかわらず、表面状態は図5(B)のレベルにとどまった。ところが、後者は120分間の研磨後には、図6(A)レベルの平坦性が得られた。これは、前者が研磨の途中段階(約60分経過)では、スクラッチラインが低減されてい

ないことより、研磨速度が速すぎると、バックグラウンドが平坦化された後も細かいピットは低減されるが、スクラッチラインが研磨時に再発しやすくなるために、このまま研磨し続けても図6(A)レベルの平坦性は得られないと考えられる。

【0067】また、粒径が1μm以上の砥粒で研磨速度を3μm/hに低減した場合については、研磨の途中段階でピットやスクラッチラインが多発するため、このまま研磨を継続しても、表面のバックグラウンドのピットが激減しない(図5(A)レベル)ことは確認している。

【0068】以上の結果をもとに、砥粒11の供給量を徐々に減らし、研磨速度を12μm/hから3μm/hに60分間かけて徐々に変化させて前記の未研磨基板の研磨を行った結果、図1(A)に示すように90分間で図6(B)レベルの平坦な表面を得ることができた。

【0069】ここで、さらなる研磨時間短縮のためには、図1(B)(この場合は約10分間の研磨時間短縮)に示すように、表面のバックグラウンドレベルの大きな凹凸が、ある程度平坦化されるまで(この場合は研磨開始後30分間)は一定の速い研磨速度で研磨した方がよいことがわかる。

【0070】また、より短時間で平坦性のすぐれた表面を得るためには、表面のバックグラウンドレベルの大きな凹凸の深さをあらかじめ測定しておき、凹凸の深さが深い場合(例えば図4(A)レベル)は、最初の研磨速度を速くし、凹凸の深さが浅い場合(例えば図4(B)レベル)は、最初の研磨速度も低めにすることが望ましい。

【0071】一方、研磨速度を徐々に遅くする方法とし

て、砥粒の流量を一定にして、潤滑油を徐々に増やしていく方法でも全く同様の効果を得ることができた。

【0072】以上の結果より、表面の凹凸の大きさにかかわらず、GaN基板を研磨する場合、研磨速度を時間の経過とともに遅くすることにより、より短い研磨時間で平坦性のすぐれた表面が得られることがわかった。

【0073】次に、研磨速度を徐々に遅くする研磨方法において、初期の研磨速度を変えてみた。

【0074】前記の未研磨基板を4枚準備し、粒径0.5μmの砥粒を用い、砥粒の供給量を変えて初期の研磨速度を前記4枚のGaN基板について各々12μm/h、6μm/h、3μm/h、1μm/hとした。そして、それぞれの初期の研磨速度を60分かけて1μm/hまで下げ、各基板の細かいピットがほとんど見られなくなるまで研磨を行った。

【0075】その結果、最終的に図6(B)のレベルまで平坦化されるまでの研磨深さは、初期の研磨速度が速いものから順に12μm、8μm、3μm、2.5μmとなった。これは、初期の研磨速度が1μm/hだと、深さが2.5μmの研磨だけで平坦性のすぐれた表面が得られることを示している。従って、この研磨に用いたGaN基板表面のバックグラウンドの凹凸はP-V値が非常に大きな値(1.5μm)であるが、初期のGaN基板の研磨速度が3μm/h以下でも、非常に少ない研磨量で平坦性のすぐれた表面を得ることができるとわかった。現実問題として、研磨前のGaN基板表面のバックグラウンドの凹凸は、大きくても2μm以下であるため、研磨速度は3μm/h以下であることがより望ましいと考えられる。

【0076】(実施の形態3)次に、基板上に気相成長法を用いて厚膜の窒化ガリウム系化合物半導体を成長した基板を研磨してどうなるかを調べた。例として、基板をサファイアとし、気相成長法にはHVPE法を用い、窒化ガリウム系化合物半導体をGaNとした。サファイア基板上に約50μm積層したGaNの表面は、目視レベルでは鏡面であるが、ノマルスキー微分干渉顕微鏡の観察によれば、凹凸が大きいものとなっている。そこで、前記基板を0.5μmの粒径よりなる砥粒を用いて、2μm/hの研磨速度で約6μmの研磨を実施した。その結果、GaN基板の研磨と同様に良好な平坦性を有する表面を得ることができた。

【0077】今回は、GaNを成長するための基板をサファイアとしたが、SiC、GaAs、ZnO等を基板に用いてもよい。また、前記基板上にSiO₂よりなる窓やストライプを設けたものを基板としてもよい。

【0078】(実施の形態4)研磨によって平坦化されたGaN基板は、研磨時に物理的なダメージを受けているため、GaN基板表面には少なくとも結晶性の悪化したダメージ層が残る。従って、研磨によって平坦化されたGaN基板上に高品質な窒化ガリウム系化合物半導体

薄膜を作製するためには、ダメージ層の除去が必要となる。

【0079】ダメージ層の除去は化学的に行うことが望ましいが、ケミカルエッチングでは基板表面に多くのエッチピットを形成するので、今回はRIE（反応性イオンエッチング装置）を用いたエッチングを実施した。

【0080】まず、チャンバーにセットしたGa₂N基板をプロセスガスとして塩素ガスを10sccm流し、高周波パワーを400W、バイアスパワーを50W、基板温度を50℃でエッチングを行った。図6（B）レベルのGa₂N基板を用いて、エッチング深さ1μmまでエッチングしたところ、研磨直後のピットの少ない平坦な表面を維持した状態で、前記基板の研磨前と同等レベルの結晶性が得られることを確認した。

【0081】ここで、RIEのエッチングレートは300nm/分以下に下げることが望ましく、300nm/分よりも大きい場合は、エッチング表面に多くのピットが発生する。

【0082】結晶性については、2結晶X線強度の半値幅を測定した結果、研磨前のGa₂N基板と、研磨後にRIEでエッチングしたGa₂N基板とではほとんど同等（前者430秒、後者440秒）であった。表面平坦性については、段差計およびAFMを用いてGa₂N基板面内におけるスクラッチラインの線密度、ピット密度の平均値および最大値を測定した結果、前者後者共に（表1）に示す値と同等レベルであることがわかった。

【0083】以上の結果より、研磨後にRIEでエッチングしたGa₂N基板の結晶性は、研磨前のGa₂N基板とほぼ同等であり、研磨後の優れた表面平坦性についても、RIE後も維持されていると判断できる。

【0084】次に、研磨後に上述のようにRIEでエッチングしたGa₂N基板と、研磨後にRIEでエッチングしなかったGa₂N基板を準備し、各々のGa₂N基板上に有機金属気相成長法を用いてGa₂Nエピタキシャル膜を約2μm積層した。その結果、エッチングしなかったGa₂N基板上のエピタキシャル膜表面は白濁し凹凸の非常に大きい表面であったのに対し、エッチングしたGa₂N基板上のエピタキシャル膜表面は鏡面で、かつエピタキシャル膜成長前に見られたスクラッチラインやピットがエピタキシャル膜成長後には約1桁以上低減された。特に、スクラッチラインの低減を含めたエピタキシャル膜表面平坦性の改善に関しては、エピタキシャル膜成長直前の熱処理が有効であり、その成長方法の一例を示す。

【0085】まず、研磨後にRIEでエッチングしたGa₂N基板を有機洗浄（望ましくは有機洗浄後にフッ酸洗浄）し、Ga₂N基板上の塩化物や有機物等を除去した。

【0086】その後、洗浄済みのGa₂N基板を有機金属気相成長装置内にセットし、Ga₂N基板表面の窒素抜け防止のため、アンモニアを1slmの流量で流しながら、1000℃まで昇温した。昇温後は、水素を10%

～90%、アンモニアを0.5slm～5slmの流量で1分～5分間保持（熱処理）し、その後、TMG（トリメチルガリウム）を20sccm、アンモニアを2slm流しながら、Ga₂Nエピタキシャル膜を60分間（膜厚2μm）成長した。

【0087】以上のような熱処理を実施したGa₂Nエピタキシャル膜では、熱処理をしなかったGa₂Nエピタキシャル膜に比較して、スクラッチ密度が低減し、表面平坦性がさらに向上した。ここで、熱処理条件については、水素が10%以下では表面状態の改善はなく、水素90%以上ではGa₂Nエピタキシャル膜表面のバックグラウンドの凹凸が大きくなった。また、アンモニアは0.5slm以下だとエピタキシャル膜表面の窒素抜けが発生し、アンモニアが5slm以上では、平坦性の改善効果は飽和の傾向が見られた。さらには、熱処理時間が1分以内だと熱処理なしと同等レベルの平坦性であり、熱処理時間が5分以上だと、表面のバックグラウンドの凹凸が大きくなることがわかっている。

【0088】このように、研磨後にRIEでエッチングしたGa₂N基板等の窒化ガリウム系化合物半導体基板に熱処理を加え、その上にGa₂Nエピタキシャル膜を成長したものを基板として使い、窒化ガリウム系化合物半導体よりなるデバイスを作製すれば、従来よりも結晶性および平坦性が向上し、歩留まりやデバイス特性を向上させることができる。

【0089】

【発明の効果】以上のように、本発明によれば、凹凸の大きい窒化ガリウム系化合物半導体よりなる基板を、粒径が非常に小さい砥粒を用いて研磨速度を徐々に遅くしながら研磨することにより、短時間かつ少ない研磨量で、表面平坦性が従来よりも大幅に向上した窒化ガリウム系化合物半導体よりなる基板を得ることができる。また、前記基板の研磨後にRIEで低いエッチングレートによってエッチングして表面ダメージ層を除去することにより、研磨直後のピットやスクラッチラインの少ない平坦な表面を維持した状態で、前記基板の研磨前と同等レベルの結晶性を得ることができる。さらに、RIEでエッチング後の前記基板に熱処理を加え、その上にGa₂Nエピタキシャル膜を成長することによって得られた基板上に結晶性および平坦性の優れた窒化ガリウム系化合物半導体薄膜を成長させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態で用いる研磨方法を示す図

【図2】本発明の実施の形態で用いる研磨装置の主要部を表す図

【図3】本発明の実施の形態で用いる研磨装置の概略図

【図4】本発明の実施の形態で用いる未研磨および研磨済みのGa₂N基板表面を表す図

【図5】本発明の実施の形態で用いる研磨済みのGa₂N基板表面を表す図

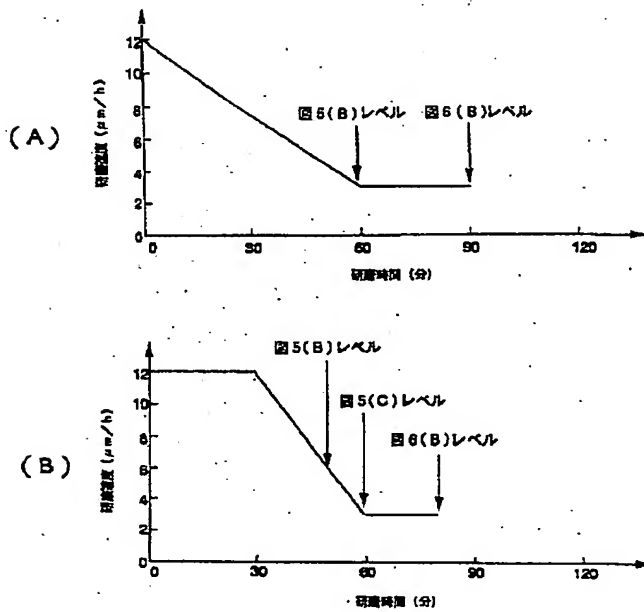
【図6】本発明の実施の形態で用いる研磨済みのGaN
基板表面を表す図

【符号の説明】

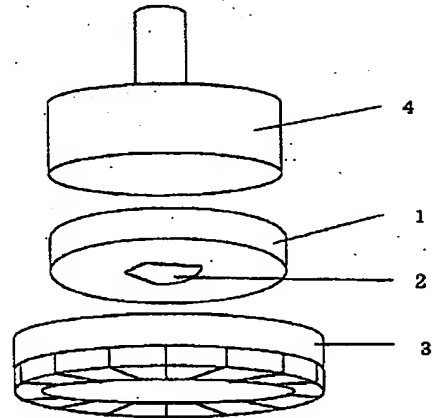
- 1 基板貼り付け盤
- 2 基板
- 3 修正リング
- 4 おもり
- 5 ラップ定盤
- 6 潤滑油
- 7 高圧空素

- 8 ノズル
- 9 モーター
- 10 スティラー
- 11 砥粒
- 12 ノズル
- 13 谷
- 14 山
- 15 ピット
- 16 スクラッチライン
- 17 山状の起伏の跡

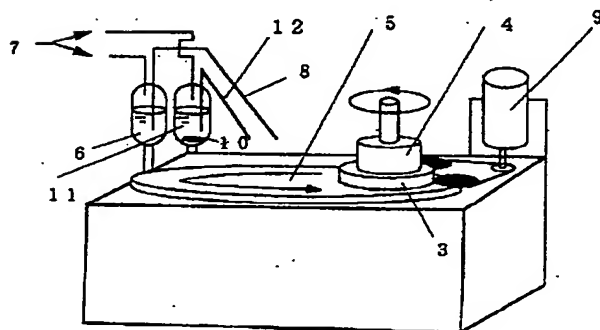
【図1】



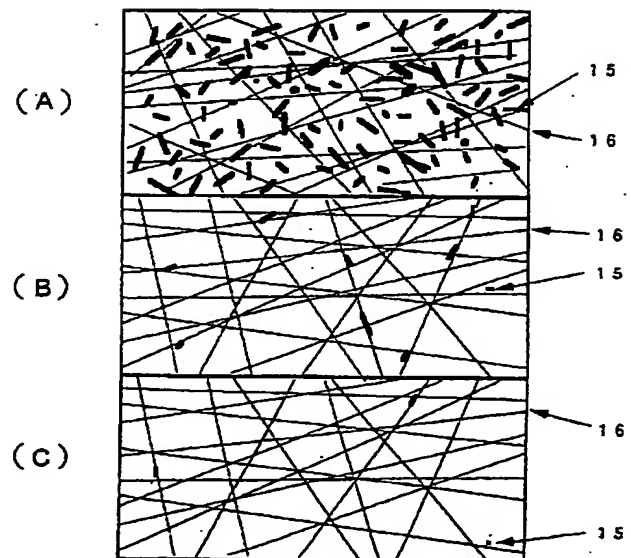
【図2】



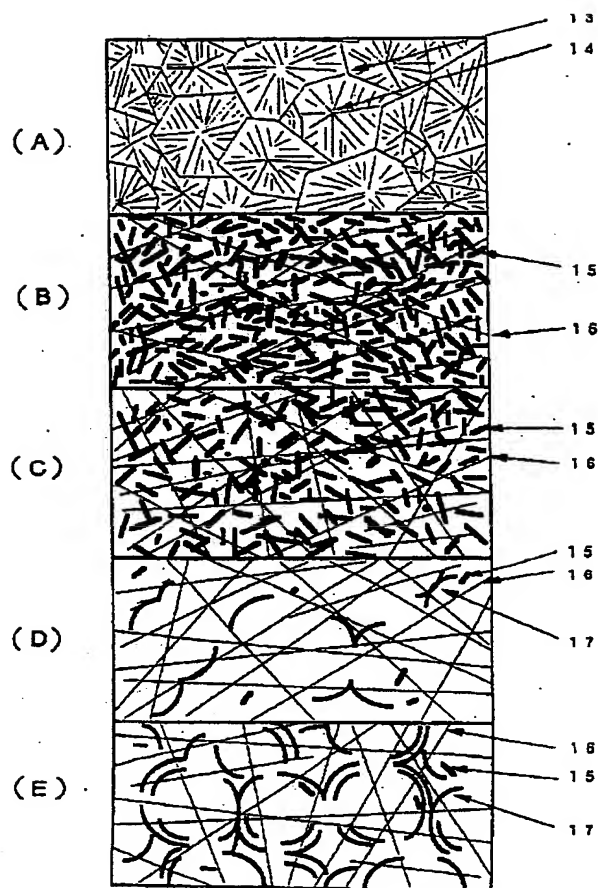
【図3】



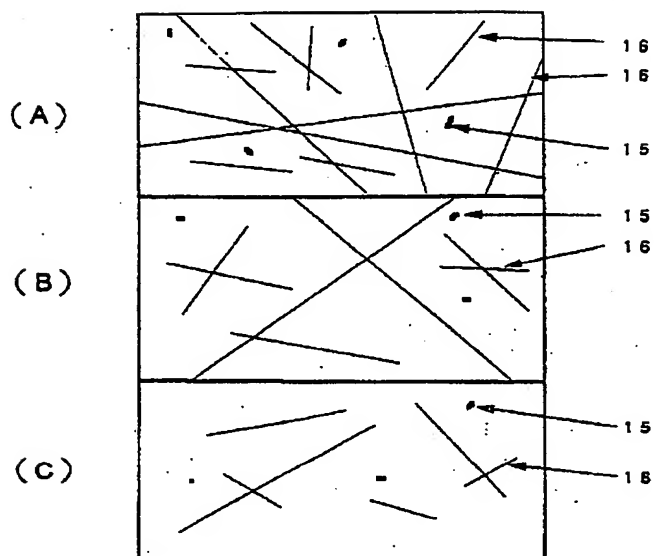
【図5】



【図 4】



【図 6】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁷

H01L 21/304

33/00

H01S 5/323

識別記号

6 2 2

F I

H01L 21/304

33/00

H01S 5/323

テームコード (参考)

6 2 2 C

C

(72) 発明者 品川 修一

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

Fターム (参考) 3C058 AA07 BA02 BA04 BA09 CB01

CB02 CB10 DA02 DA12 DA17

4G077 AA03 BE15 DB01 FG02 FG12

5F041 AA40 CA40 CA46 CA64 CA74

CA77

5F073 CA02 DA05 DA25 DA35

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-322899

(43)Date of publication of application : 20.11.2001

(51)Int.Cl.

C30B 29/38
B24B 37/00
B24B 37/04
H01L 21/304
H01L 33/00
H01S 5/323

(21)Application number : 2000-138667

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

(22)Date of filing : 11.05.2000

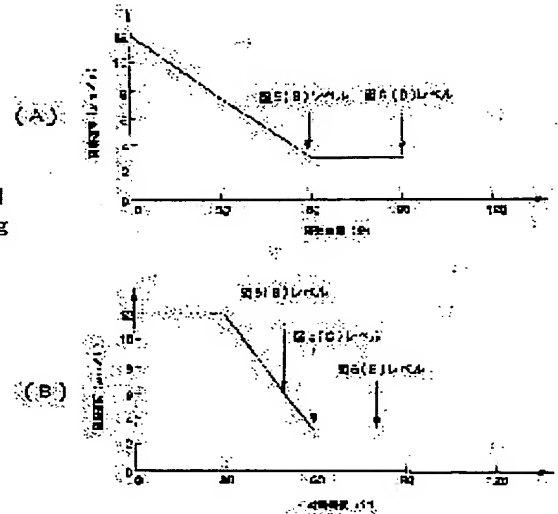
(72)Inventor : TAKEISHI HIDEMI
KAMEI HIDENORI
SHINAGAWA SHUICHI

(54) GALLIUM NITRIDE-BASED COMPOUND SEMICONDUCTOR SUBSTRATE AND METHOD OF PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a gallium nitride-based compound semiconductor substrate almost free from pits and excellent in surface flatness.

SOLUTION: The number of pits and scratch lines on the surface of the gallium nitride-based compound semiconductor substrate can be reduced by using abrasive grains having very small grain diameters and polishing the surface of the gallium nitride-based compound semiconductor substrate while gradually lowering polishing speed. Further, the crystallinity of the surface of the gallium nitride-based compound semiconductor substrate can be improved while maintaining excellent surface flatness after polishing by removing a surface damage layer by etching the surface of the gallium nitride-based compound semiconductor substrate subjected to polishing with a low etching rate using RIE.



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.